

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

кандидата технических наук, Мазничевского Александра Николаевича на диссертацию Скорыниной Полины Андреевны «Упрочнение и повышение износостойкости аустенитных хромоникелевых сталей наноструктурирующими фрикционными и комбинированными деформационно-термическими обработками», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.17. Материаловедение.

Актуальность темы диссертации

В настоящее время широкое применение в нефтегазовой, химической, пищевой и других отраслях промышленности находят аустенитные хромоникелевые стали вследствие их высокой коррозионной устойчивости и технологичности. Однако эти стали не могут быть подвергнуты значительному упрочнению путём традиционной термической обработки, применимой для сталей других классов, что является важным недостатком и ограничивает область их применения в ряде промышленных секторов. Поэтому актуальным направлением является поиск и реализация на практике способов улучшения свойств аустенитных сталей. Примерами таких современных способов являются методы интенсивного поверхностного пластического деформирования (ИППД), в том числе: ультразвуковая ковка, обработка трением с перемешиванием, ультразвуковая ударная обработка и поверхностная механическая обработка (SMAT), которые способствуют формированию наноструктурированного слоя на поверхности материала и значительно улучшают его эксплуатационные характеристики. Таким образом, исследование влияния фрикционных и деформационно-термических обработок на твёрдость и трибологические свойства, а также коррозионную стойкость аустенитных сталей имеет значительное практическое значение для улучшения их эксплуатационных характеристик, что делает данное исследование актуальным для промышленности и науки.

Достоверность и обоснованность положений и выводов диссертации

Достоверность основных научных результатов диссертации Скорыниной П.А. подтверждается большим объемом экспериментальных данных, полученных с применением современных методов исследований, их воспроизводимостью, согласованностью между собой и с известными литературными источниками.

По теме диссертации было опубликовано 28 печатных работ, включая 14 статей в рецензируемых научных журналах, определенных ВАК РФ и Аттестационным советом УрФУ, из них 11 статей включены в базы данных цитирования Web of Science и Scopus. Результаты диссертационной работы также отражены в 14 тезисах и материалах Российских и Международных конференций.

Характеристика структуры и содержания диссертации

Диссертационная работа Скорыниной П.А., изложенная на 197 страницах машинописного текста, состоит из введения, шести глав, заключения, списка использованных источников (219 наименований) и двух приложений. Работа содержит 65 рисунков и 13 таблиц. В приложениях приведены акты внедрения результатов работы, подтверждающие как промышленную апробацию предлагаемой технологии наноструктурирующего выглаживания, так и её теоретическую значимость. Основное содержание работы включает исследования, связанные с фрикционными и деформационно-термическими обработками аустенитных хромоникелевых сталей, а также анализ их влияния на твёрдость, трибологические свойства и коррозионную стойкость к общей коррозии.

Во введении диссертационной работы Скорыниной П.А. обоснована актуальность выбранной темы, подчеркивающая необходимость повышения износостойкости и коррозионной устойчивости аустенитных хромоникелевых сталей. Описана степень разработанности темы, включая использование современных методов ИППД, таких как фрикционная обработка и наноструктурирующее выглаживание, для улучшения эксплуатационных характеристик аустенитных сталей. Введение кратко излагает содержание работы, формулирует цель и задачи исследования.

В первой главе выполнен литературный обзор, посвященный методам поверхностного наноструктурирования и деформационного упрочнения аустенитных хромоникелевых сталей. Глава начинается с обсуждения актуальности повышения механических свойств и износостойкости этих сталей. Далее рассмотрены методы ИППД, такие как дробеструйная, ультразвуковая обработки и фрикционные методы, включая их влияние на структурно-фазовое состояние материала. Особое внимание уделяется обработкам скользящими инденторами, которые позволяют создавать наноструктурированные поверхности, обеспечивающие улучшенные механические и трибологические свойства стали.

Далее анализируются термические и деформационно-термические обработки, используемые для стабилизации аустенитной структуры и повышения износостойкости, включая их влияние на фазовые превращения и формирование мартенсита. Также рассматриваются теоретические и экспериментальные исследования, посвященные влиянию температуры на механические характеристики и коррозионную стойкость аустенитных сталей.

В заключении главы подведены итоги по известным методам и их эффективности для улучшения свойств сталей, а также сформулированы цель и задачи дальнейшего исследования, которые детально раскрыты в последующих главах работы.

Во второй главе представлена методология и методы исследования, использованные для анализа физико-химических характеристик аустенитных хромоникелевых сталей, подвергнутых фрикционным и деформационно-термическим обработкам. Рассматриваются основные этапы экспериментальной работы, начиная с выбора материалов для исследования и заканчивая методами обработки данных. Особое внимание уделяется методам оценки структурных изменений в поверхностных слоях стали, таким как сканирующая электронная и просвечивающая микроскопия, рентгенофазовый анализ.

Описан способ измерения микротвёрдости для оценки изменений микромеханических свойств стали в зависимости от глубины обработанного слоя. Также обсуждаются методы трибологических испытаний, включая исследования износостойкости при сухом трении скольжения и в условиях граничного трения.

В третьей главе обсуждены результаты изучения влияния фрикционной обработки скользящим индентором на структуру, фазовый состав и микротвёрдость метастабильных аустенитных хромоникелевых сталей на примере стали 12X18H10T. Глава начинается с выбора и обоснования технологических параметров фрикционной обработки, а также влияния кратности фрикционного воздействия на микротвёрдость стали. Данные исследования сопровождаются подробным описанием процессов, происходящих при фрикционной обработке, а также микрофотографиями с просвечивающего электронного микроскопа, позволяющие наглядно удостовериться в формировании двухфазной структуры, состоящей из аустенита и мартенсита деформации. Исследовано влияние температуры фрикционного воздействия в диапазоне от минус 196 до плюс 250 °С на микротвёрдость и

долю мартенсита деформации в поверхностном слое. В завершающем разделе главы представлены результаты после аналогичных экспериментов (фрикционное воздействие при комнатной температуре с разной кратностью) на деформационно стабильную аустенитную сталь 03X16H15M3T1.

Показано, что оптимальные условия обработки способствуют повышению твердости поверхностного слоя с 220 HV 0,025 до 710 HV 0,025 (кратность обработки $n=11$, доля мартенсита деформации α' до 70 об.%) у стали 12X18H10T и с 270 HV 0,025 до 720 HV 0,025 ($n=7$, α' до 2 об.%) у стали 03X16H15M3T1 при шероховатости поверхности на уровне Ra ~ 100 нм.

Основной вклад в увеличение твёрдости стали 03X16H15M3T1 по данным автора реализуется за счет зернограничного и дислокационного механизмов упрочнения аустенита, а в стали 12X18H10T дополнительный вклад вносит протекание деформационного $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращения. Активизации указанных механизмов упрочнения способствует формирование в тонких поверхностных слоях аустенитных сталей при фрикционной обработке нано- и субмикроструктур аустенита и α' -мартенсита деформации.

В четвертой главе диссертации проводится исследование влияния термической обработки (отжига в интервале от 100 до 900 °С в течение 2 ч в вакуумной печи, охлаждение с печью) на свойства метастабильной аустенитной стали, подвергнутой предварительной фрикционной обработке. Рассмотрен вопрос изменения фазового состава и структуры стали 12X18H10T после выполнения термической обработки. Показано, что при нагреве образцов до 300 °С микротвёрдость на поверхности рассматриваемой стали остаётся близкой к микротвёрдости образца после фрикционной обработки (690-710 HV 0,025). Повышение температуры нагрева до 400-450 °С приводит к росту микротвёрдости до 870-900 HV 0,025. При дальнейшем увеличении температуры нагрева до 900 °С значения постепенно снижаются до уровня закаленной стали – 240 HV 0,025.

После отжига при 400-450 °С в поверхностном слое исследуемой стали сохраняются высокодисперсные структуры мартенсита деформации (объемная доля 60-63 %) и аустенита с размером кристаллитов до 200 нм, а также выделением наноразмерных частиц карбида хрома Cr₂₃C₆. Увеличение температуры отжига до 650 °С приводит к полному обратному $\alpha' \rightarrow \gamma$ -превращению в поверхностном слое, при этом, наряду с высокодисперсным аустенитом, в структуре наблюдаются выделившиеся при старении карбиды хрома, имеющие большие размеры, чем при 400-450 °С. Показано

формирование «бимодальной» структуры (с крупными рекристаллизованными аустенитными зёрнами и аустенитными зёрнами субмикро- и нано- размеров) при температурах от 650 °С и вплоть до 800 °С.

В пятой главе работы проводится анализ влияния фрикционной обработки аустенитных хромоникелевых сталей на их трибологические свойства и коррозионную стойкость. В результате проведенных экспериментов были получены следующие ключевые выводы:

- при сухом трении скольжения наноструктурированный слой стали 12X18H10T демонстрирует аномальную зависимость износа и коэффициента трения от пути трения: отсутствует период приработки и на начальном этапе трения отмечаются минимальные значения износа и коэффициента трения;
- увеличение сопротивления адгезионному изнашиванию связано с ограничением процессов схватывания и переходом к изнашиванию пластическим оттеснением;
- фрикционная обработка повышает износостойкость стали 12X18H10T в 4-10 раз и стали 03X16H15M3T1 в 4-70 раз за счет подавления схватывания и пластического оттеснения;
- коррозионная стойкость стали 12X18H10T: фрикционная обработка повышает скорость коррозии по сравнению с электрополированной поверхностью, но не ухудшает стойкость относительно шлифованной поверхности. Коррозионное поведение зависит от наличия α' -мартенсита, качества поверхности и дисперсности структуры;
- коррозионная стойкость стали 03X16H15M3T1: фрикционная обработка сохраняет коррозионную стойкость на уровне электрополированной поверхности благодаря формированию субмикро/нанокристаллического аустенита. Механическое шлифование снижает стойкость из-за микротрещин и дефектов поверхности. Качество поверхности и диспергирование структуры играют ключевую роль в обеспечении коррозионной стойкости.

В шестой главе диссертационной работы представлены результаты исследований, посвященных промышленной реализации наноструктурирующего выглаживания аустенитной коррозионностойкой стали 04X17H10M2T.

Автор подчеркивает значимость параметров процесса наноструктурирующего выглаживания, таких как скорость скольжения индентора, нагрузка и кратность обработки, для повышения микротвёрдости

и улучшения шероховатости поверхности. Экспериментально доказано, что наноструктурирующее выглаживание на токарно-фрезерном центре с использованием индентора из синтетического алмаза позволяет достигать микротвердости до 825 HV 0,025. Оптимальные режимы включают скорость скольжения 10 м/мин и малую подачу 0,01 мм/оборот, что способствует интенсивному диспергированию аустенитной структуры и формированию нанокристаллических слоев.

В заключении подведены итоги проведенных исследований, обобщены основные результаты, касающиеся влияния фрикционной и деформационно-термической обработки на свойства аустенитных хромоникелевых сталей. Полученные данные подтверждают высокую эффективность применения этих методов для улучшения твердости поверхностного слоя, трибологических свойств, при сохранении коррозионной стойкости как метастабильных, так и стабильных аустенитных сталей, что существенно расширяет область их возможного применения в промышленности.

Научная новизна

1. Показано, что при фрикционной обработке аустенитных сталей формированию субмикро- и нанокристаллической структуры аустенита и α' -мартенсита деформации предшествует развитие процессов механического двойникования аустенита и образования ячеистых и полосовых дислокационных субструктур.

2. При фрикционной обработке аустенитных сталей установлен близкий уровень упрочнения (до 710-720 HV 0,025) метастабильной стали 12X18H10T, на поверхности которой образуется 70 об. % α' -мартенсита деформации, и деформационно стабильной стали 03X16H15M3T1.

3. При увеличении температуры фрикционного нагружения от -196 до $+250$ °С объемная доля мартенсита деформации в поверхностном слое стали 12X18H10T снижается от 100 до 5 % при достижении близких уровней деформационного упрочнения ее поверхности (555-575 HV 0,025).

4. Установленный рост износостойкости аустенитных хромоникелевых сталей в результате фрикционной обработки обусловлен ограничением на поверхностях трения процессов пластического оттеснения и адгезионного схватывания вследствие установленной по данным микроиндентирования повышенной способности упрочненных слоев сопротивляться пластической деформации при контактном механическом воздействии.

5. Нанокристаллические мартенситно-аустенитные структуры, сформированные в поверхностном слое метастабильной аустенитной стали при фрикционной обработке, дополнительно упрочняются при нагреве до 400-450 °С за счет выделения дисперсных карбидов хрома, а при нагреве до 650 °С трансформируются в высокопрочные преимущественно субмикро- и нанокристаллические структуры аустенита, которые сохраняются вплоть до 800 °С, образуя вместе с рекристаллизованными участками аустенита «бимодальные» структуры.

Теоретическая и практическая значимость

Теоретическая и практическая значимость работы заключается в том, что выработаны теоретически обоснованные научные подходы к поиску путей улучшения прочностных и трибологических свойств аустенитных хромоникелевых сталей различных классов при проведении фрикционной и комбинированных обработок.

Результаты исследований позволили определить и обосновать технологические режимы наноструктурирующей фрикционной обработки, которые обеспечивают повышение микромеханических и трибологических свойств аустенитных хромоникелевых сталей при одновременном достижении высокого качества поверхности, включая низкую шероховатость и отсутствие дефектов сплошности.

Установлена возможность управления структурно-фазовым состоянием поверхностного слоя метастабильной аустенитной стали путем изменения температуры обработки, кратности нагружения и последующего отжига. Разработаны комбинированные деформационно-термические обработки, включающие отжиги после фрикционной обработки, что позволяет достигать:

- твёрдости мартенситно-аустенитной структуры до 900 HV 0,025 при отжиге в диапазоне температур 400-450 °С;
- твёрдости аустенитной структуры до 630 HV 0,025 при отжиге при 650 °С.

Показано, что фрикционная обработка может эффективно применяться в качестве финишной операции при изготовлении изделий из аустенитных хромоникелевых сталей. Данный метод обеспечивает значительное упрочнение и повышение износостойкости поверхности изделий без ухудшения их коррозионной стойкости по сравнению с механическим шлифованием.

Практическая реализация разработанных технологических подходов

подтверждена их применением для совершенствования промышленной технологии наноструктурирующего выглаживания на многофункциональном обрабатывающем центре предприятия ООО «Предприятие «Сенсор» (г. Курган). В результате была сформирована наноструктурированная упрочненная поверхность на деталях из аустенитной стали 04X17H10M2T, что документально подтверждено соответствующим Актом промышленной апробации.

Таким образом, результаты работы могут быть широко применены в промышленности для повышения надежности и долговечности металлических деталей, эксплуатируемых в условиях высоких механических и температурных нагрузок, а также агрессивных сред.

По диссертационной работе есть следующие вопросы и замечания:

1. После фрикционной обработки наблюдается схожий уровень упрочнения как у метастабильной стали 12X18H10T, где содержание мартенсита деформации α' достигает 70 об.% при нагрузке 392 Н и числе сканирований $n = 11$, так и у деформационно стабильной стали 03X16H15M3T1, где α' составляет не превышает 2 об.% при нагрузке 294 Н и $n = 7$. Однако если сравнить сталь 03X16H15M3T1, имеющую твёрдость 720 HV 0,025, со сталью 12X18H10T, при аналогичном числе сканирований, но большей нагрузке ($\alpha' = 70$ об.%, при $P = 392$ Н и $n = 7$) твёрдость достигает лишь 640 HV 0,025. Возникает вопрос: почему стабильная аустенитная сталь показывает более высокую твёрдость, несмотря на условно одинаковые условия фрикционной обработки, если учесть, что в метастабильной стали присутствует 70 об.% мартенсита, который, теоретически, должен быть твёрже малоуглеродистого аустенита?

2. Известно, что подобные результаты, а именно повышение твёрдости, износостойкости и коррозионной стойкости могут быть также достигнуты с использованием других методов, например азотирования. Микротвёрдость азотированного слоя может достигать 1200 HV при толщине наиболее твёрдой части слоя вплоть до 100 мкм (суммарная глубина слоя при этом может достигать нескольких десятых долей миллиметра). Какие преимущества и недостатки Вы видите у метода наноструктурирующего выглаживания по сравнению с азотированием поверхностного слоя?

3. В главе 4 исследовано влияние нагрева (двухчасовая выдержка при температурах 100-900 °С) на фазовый состав и твёрдость поверхностного слоя

деформационно-упрочненной стали 12Х18Н10Т. Автор отмечает, что наблюдается значительный рост микротвёрдости при отжиге в температурном интервале 400-450 °С, а также, что: «Наряду с высокодисперсным аустенитом (рисунок 4.5 б) в структуре наблюдаются выделившиеся при старении карбиды хрома (рисунок 4.5 в), которые в среднем имеют более крупные размеры по сравнению с карбидными частицами в поверхностном слое стали после нагрева до 400 и 450 °С (см. рисунки 4.3 г, 4.4 г).» (стр. 119). В выводе № 4 к главе 4 (стр. 124), автор предлагает: «...комбинированные деформационно-термические обработки метастабильной аустенитной стали, включающие наноструктурирующую фрикционную обработку и отжиги при температурах 400-450 и 650 °С». Однако стоит отметить, что в работе исследовалась только коррозионная стойкость к общей коррозии (раздел 5.3). При том, что отжиг проводился при температурах, вызывающих сенсбилизацию аустенитных сталей.

Таким образом, возникает вопрос, не приведёт ли такая обработка к повышенной склонности аустенитных сталей к межкристаллитной коррозии, являющейся одним из самых опасных и трудно выявляемых видов коррозии?

Представляется целесообразным дополнить исследование (провести в будущих исследованиях) испытаниями на стойкость к межкристаллитной коррозии по методам АМ (АМУ) и ДУ (ГОСТ 6032-2017) или иным методам, в зависимости от условий эксплуатации изделий.

Вышеуказанные недостатки не снижают научной и практической ценности результатов представленного диссертационного исследования и не оказывают существенного влияния на общую положительную оценку выполненной работы.

Общее заключение

Диссертационная работа Скорыниной Полины Андреевны на тему «Упрочнение и повышение износостойкости аустенитных хромоникелевых сталей наноструктурирующими фрикционными и комбинированными деформационно-термическими обработками», представленная на соискание ученой степени кандидата технических наук, является законченной научно-квалификационной работой, выполненной на высоком уровне. В диссертационном исследовании решены важные задачи, имеющие научное и практическое значение.

Диссертация и автореферат соответствуют пунктам Паспорта

специальности 2.6.17. Материаловедение: 4. «Разработка физико-химических и физико-механических процессов формирования новых металлических, неметаллических и композиционных материалов, обладающих уникальными функциональными, физикомеханическими, биомедицинскими, эксплуатационными и технологическими свойствами, оптимальной себестоимостью и экологической чистотой»; 6. «Разработка и совершенствование методов исследования и контроля структуры, испытание и определение физико-механических и эксплуатационных свойств металлических, неметаллических и композиционных материалов и функциональных покрытий».

По результатам диссертационного исследования автором опубликовано достаточное количество научных работ. Диссертационная работа удовлетворяет требованиям п.9-14 Положения о присуждении ученых степеней в УрФУ, а ее автор, Скорынина Полина Андреевна, заслуживает присуждения степени кандидата технических наук по специальности 2.6.17. Материаловедение.

Официальный оппонент:

кандидат технических наук,
Общество с ограниченной ответственностью
«Лаборатория специальной металлургии», г.
Челябинск, технический директор.
Мазничевский Александр Николаевич

Контактная информация:

Общество с ограниченной ответственностью «Лаборатория специальной металлургии»,
454047, г. Челябинск, ул. 2-я Павелецкая, 18,
E-mail: al.mazn@ya.ru

«28» Инваря 2025 г.


Мазничевский А.Н.

Подпись заверяю
Главный бухгалтер




Рябухина Т.А.